



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08073280 A**

(43) Date of publication of application: 19 . 03 . 96

(51) Int. Cl.

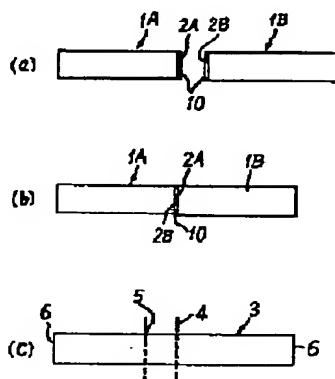
C04B 37/00(21) Application number: **06230213**(71) Applicant: **NGK INSULATORS LTD**(22) Date of filing: **01 . 09 . 94**(72) Inventor: **KOBAYASHI HIROMICHI**(54) **JOINED BODY AND ITS PRODUCTION**

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(57) Abstract:

PURPOSE: To make the strength of the joint part of ceramic bodies higher than the strength of the conventional joint bodies at the time of joining the ceramic bodies by providing a new joining method for the ceramic bodies.

CONSTITUTION: The plural ceramic bodies 1A, 1B are subjected to solid phase joining. The center line average height (Ra) of the respective joint surfaces 2A, 2B of the respective ceramic bodies 1A, 1B is specified to $20.2\mu\text{m}$ (more preferably $20.1\mu\text{m}$) and the flatness degree thereof is confined to $20.2\mu\text{m}$ (more preferably $20.1\mu\text{m}$). A solvent of a joining assistant is applied on at least either of the joint surfaces 2A and 2B and thereafter, the respective ceramic bodies 1A, 1B are heat-treated in the state of pressing the joint surfaces 2A and 2B to each other, by which the joined body is produced. The layers where the atoms of the joining assistant are ample exist along the joint boundaries 4 of the joined body 3 and the ceramic particles grow so as to extend to both sides of the joint boundaries 4.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-73280

(43) 公開日 平成8年(1996)3月19日

(51) IntCl.⁶

C 0 4 B 37/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A

審査請求 有 請求項の数13 F D (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平6-230213

(22) 出願日 平成6年(1994)9月1日

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号

(72) 発明者 小林 廣道

愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

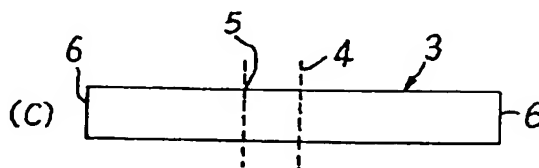
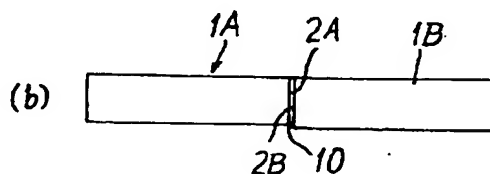
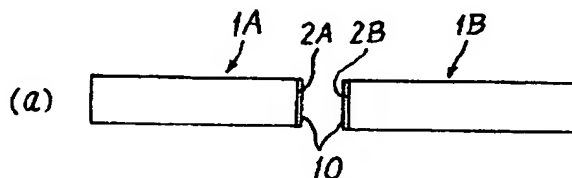
(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外5名)

(54) 【発明の名称】 接合体およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 セラミックス体の新たな接合方法を提供し、セラミックス体を接合するに際して、その接合部分の強度を、従来の接合体よりも向上させること。

【構成】 複数のセラミックス体1A、1Bを固相接合する。各セラミックス体1A、1Bの各接合面2A、2Bの中心線平均粗さ(Ra)を0.2μm以下(好ましくは0.1μm以下)とし、平面度を0.2μm以下(好ましくは0.1μm以下)とし、接合面2Aと2Bとの少なくとも一方の上に、接合助剤の溶液を塗布し、次いで各接合面2Aと2Bとを当接させた状態で各セラミックス体1A、1Bを熱処理することによって、接合体を製造する。これにより接合体3が得られる。接合体3の接合界面4に沿って接合助剤の原子の豊富な層が存在しており、接合界面4の両側に延びるようにセラミックス粒子が粒成長する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミックス体の固相接合によって得られた接合体であって、この接合体の接合界面に沿って接合助剤の原子の豊富な層が存在しており、前記接合界面の両側に延びるようにセラミックス粒子が粒成長していることを特徴とする、接合体。

【請求項2】前記接合体を破断試験に供したときに、前記接合界面以外の断面に沿って前記接合体が破断することを特徴とする、請求項1記載の接合体。

【請求項3】前記接合助剤が前記セラミックス体の焼結助剤と同一であることを特徴とする、請求項1または2記載の接合体。

【請求項4】前記セラミックス粒子が窒化アルミニウムまたは窒化珪素からなり、前記接合助剤がイットリウム化合物およびイッテルビウム化合物からなる群より選ばれた一種以上の接合助剤であることを特徴とする、請求項1～3のいずれか一つの請求項に記載の接合体。

【請求項5】前記接合体が、腐食性ガスまたは膜形成用ガスに対して曝される加熱装置であり、一方の前記セラミックス体が、電力によって発熱する発熱体であり、他方の前記セラミックス体が、前記発熱体に対して接合された管状部材であり、この管状部材の内側空間に金属部材が露出していることを特徴とする、請求項1～4のいずれか一つの項に記載の接合体。

【請求項6】複数のセラミックス体を固相接合する方法であって、接合すべき各セラミックス体の各接合面の中心線平均粗さ(Ra)を0.2μm以下とし、平面度を0.2μm以下とし、前記接合面の少なくとも一方の上に前記接合助剤の溶液を塗布し、次いで各接合面を当接させた状態で各セラミックス体を熱処理することによって、接合体を製造することを特徴とする、接合体の製造方法。

【請求項7】前記中心線平均粗さ(Ra)を0.1μm以下とし、前記平面度を0.1μm以下とすることを特徴とする、請求項6記載の接合体の製造方法。

【請求項8】前記の各セラミックス体を、このセラミックス体中のセラミックス粒子が成長する温度以上で熱処理することによって、各セラミックス体の接合界面の両側に延びるようにセラミックス粒子を成長させることを特徴とする、請求項6または7記載の接合体の製造方法。

【請求項9】前記セラミックス体の焼結温度をTとしたとき、(T-50)℃以上の温度で前記熱処理することを特徴とする、請求項8記載の接合体の製造方法。

【請求項10】前記セラミックス体の焼結温度をTとしたとき、(T+50)℃以下の温度で前記熱処理することを特徴とする、請求項9記載の接合体の製造方法。

【請求項11】前記セラミックス体の焼結温度以下の温度で前記熱処理することを特徴とする、請求項10記載の接合体の製造方法。

【請求項12】前記セラミックス体の焼結助剤と同一の接合助剤を用いることを特徴とする、請求項6～11のいずれか一つの請求項に記載の接合体の製造方法。

【請求項13】前記セラミックス粒子が窒化アルミニウムまたは窒化珪素からなり、前記接合助剤がイットリウム化合物およびイッテルビウム化合物からなる群より選ばれた一種以上の接合助剤であることを特徴とする、請求項6～12のいずれか一つの項に記載の接合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、複数のセラミックス体を固相接合する方法およびその接合体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】本出願人は、半導体製造用熱CVD装置に用いる加熱装置として、例えば特願平3-301897号明細書において、後述するようなセラミックスヒーターを開示した。そして、このセラミックスヒーターを製造するためには、タングステン抵抗体を埋設した窒化珪素セラミックスからなる円盤状基体と、窒化珪素からなる管状部材とを接合する必要が生じた。しかし、こうしたセラミックス部材同士を強固に接合することは困難であった。例えば、上記した円盤状基体と管状部材とを酸化物系ガラスで接合してみたが、接合部分の機械的強度が小さかった。更に、これらの接合体からなる加熱装置を半導体製造装置内に設置し、装置内に腐食性ガスや半導体膜を形成するための成膜用ガスを流すと、上記した円盤状基体と管状部材との接合部分からガスが漏れる可能性がある。更に、この加熱装置を繰り返して使用する間に、接合部分においてクラックが生ずる可能性がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、前記したように、窒化珪素や窒化アルミニウムからなる部材同士を、強固に接合するための研究を更に進めていた。しかし、これらのセラミックスの焼成温度が非常に高いことなどから、適当な接合方法は見つからなかった。例えば、粉末を両者の間に介在させて熱処理し、粉末の成分を拡散させる方法なども試みたが、接合部分の強度を高くすることは困難であった。

【0004】本発明の課題は、セラミックス体の新たな接合方法を提供することである。また、本発明の課題は、セラミックス体を接合するに際して、その接合部分の強度を、従来の接合体よりも向上させることである。また、本発明の課題は、セラミックス体を接合するに際して、その接合部分の強度を、接合部分以外の部分と同等以上にできるようにすることである。また、本発明の課題は、セラミックス体を接合するに際して、接合部分の気密性を向上させて接合部分からのガス漏れ

を防止できるようにし、また接合部分でのクラック発生を防止できるようにすることである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明に係る接合体は、セラミックス体の固相接合によって得られた接合体であって、この接合体の接合界面に沿って接合助剤の原子の豊富な層が存在しており、前記接合界面の両側に延びるようにセラミックス粒子が粒成長していることを特徴とする。

【0006】また、本発明に係る接合体の製造方法は、複数のセラミックス体を固相接合する方法であって、接合すべき各セラミックス体の各接合面の中心線平均粗さ(Ra)を0.2μm以下とし、平面度を0.2μm以下とし、前記接合面の少なくとも一方の上に接合助剤の溶液を塗布し、次いで各接合面を当接させた状態で各セラミックス体を熱処理することによって、接合体を製造することを特徴とする。

【0007】

【作用】本発明者は、窒化アルミニウムや窒化珪素からなる細長い試料を準備し、これらの各試料の各表面に対して超精密加工を施し、これと共に、この超精密加工面に対して、接合助剤を含有する溶液を塗布した。そして、各加工面同士を隙間なく接触させ、この状態で一对の試料を高温に加熱することで、接合体を得た。そして、得られた接合体について、四点曲げ強度を測定した。この結果、驚くべきことに、接合体試料の四点曲げ強度が、一体焼結体とほぼ同等のレベルにまで向上することが判明した。しかも、この曲げ強度試験において、試料の接合界面では破断が起らず、焼結体の内部で破断が生じた。即ち、接合体の接合界面の破断強度が、もとの焼結体と同等以上であるという、驚くべき効果を確認し、本発明に到達した。

【0008】こうした接合の機構について、本発明者は更に検討した。例えば、図1(a)に模式的に示すように、曲げ強度試験用の四角柱形状のセラミックス体1Aと1Bとを準備する。セラミックス体1Aの接合面2Aとセラミックス体1Bの接合面2Bとを、それぞれ超精密加工する。この際、加工後において、各接合面2A、2Bの中心線平均粗さ(Ra)を0.2μm以下とし、平面度を0.2μm以下とする必要がある。次いで、接合面2Aおよび/または2Bの上に、接合助剤の溶液10を塗布する。図1(a)の例においては、両方の接合面2A、2Bに対して溶液10を塗布している。次いで、図1(b)に示すように、接合面2Aと2Bとを隙間無く当接させる。

【0009】この時点においては、図2(a)に模式的断面図として示すような状態になる。即ち、各セラミックス体1Aと1Bとの微構造を検討すると、多結晶構造であり、セラミックス粒子7が多数存在しており、粒子7の間に粒界層11が存在している。ここで、接合面2

A、2Bにおいては、粒子7Aが切断され、切断面8が露出する。ここで、切断面2A、2Bにおいて、平面度および中心線平均粗さ(Ra)を前記のように小さくすることで、切断面2Aと2Bとが完全に密着する。

【0010】そして、前記溶液10を切断面2Aと2Bとの間に介在させて熱処理すると、互いに接触する粒子7A同士が、接合助剤の拡散に応じて接合し、図2

(b)に示すように成長し、接合粒子9が生成する。この接合粒子9は、接合界面4をまたぐように、接合界面4の両側に向かって延びる。

【0011】このように、本発明においては、切断された粒子7A同士を密着させ、接合助剤の拡散の助けによって、粒子7A同士を接合および成長させるという、新しい接合方法を提供する。この結果、例えば図3に示すように、接合界面に沿って接合助剤の豊富な層12が生成すると共に、この接合助剤の豊富な層12において、接合粒子9が発生して成長し、接合界面の両側に向かって延びる。この過程において、接合助剤を多量に含む粒界部分が、粒子9の成長によって排除され、分散してくる。しかし、この接合助剤の豊富な層12は、電子顕微鏡によって、明瞭に確認することができる。

【0012】ここで、中心線平均粗さが前記の値よりも大きいと、切断された粒子7Aの間に微小な隙間が生じるために、粒子の接合が生じないものと思われる。また、平面度が上記の値よりも大きい場合にも、全体として加工面同士が隙間無く密着しないために、粒子の接合が生じないものと思われる。しかも、接合助剤は溶解させることが必要であり、接合助剤の粒子を含む分散液ないしスラリーを使用した場合には、両者を良好に接合させることはできなかった。

【0013】なお、中心線平均粗さ(Ra)とは、粗さ断面曲線を中心線から折り返し、その粗さ曲線と中心線とによって得られた面積(折り返し部分を含む)を、長さLで除した値である。平面度とは、平面部分の幾何学的平面からの狂いの大きさを言い、JISでは、平面部分を2つの平行な幾何学的平面で挟んだとき、これらの両平面の間隔が最小となるときの、両幾何学的平面の間隔で表す。中心線平均粗さと平面度とは、表面粗さ計およびレーザー干渉計で測定することができる。

【0014】

【実施例】前記接合面の中心線平均粗さは、0.1μm以下とすることが一層好ましく、平面度を0.1μm以下とすることが一層好ましい。これらは、切断された粒子同士の接合を更に容易にするためには、できるだけ小さくすることが好ましいので、下限を限定する必要はない。しかし、本出願時点における加工精度は、中心線平均粗さが0.05μm程度であり、平面度が0.07μm程度である。

【0015】セラミックス体の接合面の平面度および中心線平均粗さを、前記の値の範囲内にするには、接合面

を平面研削盤および高速ラップ盤で加工することが好ましい。

【0016】各セラミックス体を、その内部のセラミックス粒子が成長する温度以上で熱処理することによって、接合界面の両側に延びるようにセラミックス粒子を成長させることが好ましい。

【0017】この粒子の成長は、比較的に低温でも、ある程度は生ずる。しかし、セラミックス体の焼結温度をTとしたとき、(T-50)℃以上の温度で熱処理することが、接合強度を特に高くするという観点から見て好ましい。これによって、一体焼結によって製造した焼結体とほぼ同等の強度を備えた接合体を、製造できることを確認した。

【0018】また、作成した接合体を破断試験に供したときに、接合界面以外の断面に沿って接合体が破断することを発見した。例えば、図1(c)に示すように、接合体3に力を加えたときに、接合界面4では破断せず、接合界面4以外の焼結体内部の領域の破断面5に沿って破断する。これは、接合界面4において、焼結時と同様に強固な微構造が形成されたことを意味している。

【0019】前記熱処理の温度が、焼結温度以下であるときに、接合体の強度を最大にすることができる。これが焼結温度よりも高くなると、接合界面における粒子の成長が十分に行われる間に、他の部分で生ずる異常粒成長によって、欠陥が発生し、接合界面以外の部分における強度が低下してくるためである。この意味で、セラミックス体の焼結温度をTとしたとき、(T+50)℃以下の温度で熱処理することが好ましい。

【0020】また、セラミックス体を焼結する際に焼結助剤を使用している場合、その焼結助剤と同一の焼結助剤を使用することが好ましい。

【0021】セラミックス粒子7が窒化アルミニウムまたは窒化珪素からなる場合には、イットリウム化合物およびイッテルビウム化合物からなる群より選ばれた一種以上の接合助剤が好ましく、イットリウム化合物が特に好ましい。この場合に、特に顕著な接合強度の増大を確認することができた。この場合には、水溶性の塩化イットリウム、塩化イットリウム水和物、硫酸イットリウム、酢酸イットリウムの水溶液や、塩化イットリウム、塩化イットリウム水和物、酢酸イットリウムのエチルアルコール溶液を、使用することが好ましい。

【0022】特に、半導体製造装置に用いられる加熱装置に、本発明を適用する場合には、汚染源となるような

不純物として特に嫌われるK、Na、Ca等のアルカリ金属およびアルカリ土類金属等は、接合助剤として不適当であるため、イットリウム化合物およびイッテルビウム化合物からなる群より選ばれた一種以上の接合助剤が好ましく、イットリウム化合物が特に好ましい。

【0023】本発明においては、接合すべきセラミックス体に対して荷重をかけることなく、両者を強固に接合することが可能である。しかし、荷重をかけることもできる。加熱方法としては、常圧での熱処理、ホットプレス法、プラズマ活性化焼結、レーザーによる局部加熱法等がある。加熱処理の時間は、焼結体の大きさや熱処理温度等に応じて、変化させることができる。

【0024】以下、更に具体的な実験結果について述べる。

【実験A】セラミックス体の試料として、寸法が20mm×40mm×20mm、重量が53グラムの試料を使用した。試料の材質は、共に窒化アルミニウムとした。この試料は1900℃で焼結させた。また、この試料自体の室温における四点曲げ強度は、約400MPaであった。

【0025】各試料の接合面を、それぞれ平面研削盤および高速ラップ盤で加工し、接合面の中心線平均粗さおよび平面度を0.1μmとした。イットリウム濃度が $2.61 \times 10^{-4} \text{ mol/cc}$ の硝酸イットリウム溶液水和物： $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液を各接合面に塗布し、表1に示す各温度で1時間熱処理した。この熱処理の際には、各試料の位置が大幅にずれることがないように、治具によって各試料を保持し、固定した。接合時には、各試料に対して圧力を加えず、試料の自重のみを負荷した。熱処理時の雰囲気は、窒素ガスとした。

【0026】表1において、実験A6においては、酸化イットリウムの粉末を、接合面の間に介在させた。表1において、超音波探傷試験は、接合体の寸法20mm×40mm×20mm、プローブ周波数25MHz、プローブ径0.25秒、焦点距離4秒の条件下において、接合面に対して実施した。欠陥があった場合には、「不良」と表示した。また、四点曲げ強度については、JIS R 1601に準じ、接合面が内側スパン間のほぼ中央に、垂直に位置するようにして、測定した。室温での値と600℃における値とを測定した。これらの測定結果を、表1に示す。

【0027】

【表1】

| | 接合面の 介在物 | 熱処理温 度(℃) | 超音波探傷 試験の結果 | 四点曲げ強度 MPa 室温 600℃ | 破断位置 |
|------|-------------|--------------|----------------|--------------------------|------|
| 実験A1 | 水溶液 | 1850 | 良好 | 330 300 | 接合部 |
| 実験A2 | 水溶液 | 1900 | 良好 | 400 370 | 他の部位 |
| 実験A3 | 水溶液 | 1950 | 良好 | 370 350 | 他の部位 |
| 実験A4 | 水溶液 | 1800 | 不良 | — — | — |
| 実験A5 | 水溶液 | 2000 | 良好 | 100 — | 他の部位 |
| 実験A6 | 粉末 | 1900 | 不良 | — — | — |

【0028】実験A1、A2、A3においては、接合界面に欠陥がなく、四点曲げ強度が非常に高かった。特に、実験A2におけるように、1900℃で接合すると、室温における四点曲げ強度が400MPaとなり、もとの試料と同じ強度が得られた。また、接合体の破断は、接合界面では生じなかった。また、実験A1においても、330MPaの室温強度と、300MPaの高温強度とを得ることができた。この場合には、接合界面で破断が生じた。実験A3においても、高い四点曲げ強度

20

【0029】実験A4においては、熱処理温度が1800℃であり、接合には不十分であった。また、接合体を次の機械加工に供しようとする、接合体が剥離したので、「四点曲げ強度」の項目に「—」と示した。実験A5においては、接合界面の状態は良好であり、100M

Paの接合強度が得られた。ただし、試料全体の焼結が更に進行しているので、実験A1～3に比べると接合強度が低くなったし、高温での四点曲げ強度は測定不能であった。実験A6では、粉末拡散接合法を実施したが、接合しなかった。

【0030】〔実験B〕実験Aとまったく同様にして、接合実験を実施した。ただし、接合すべき試料の材質は、一方の試料を窒化珪素とし、他方の試料を窒化アルミニウムとした。窒化アルミニウムからなる試料は1900℃で焼結させ、窒化珪素からなる試料は1850℃で焼結させた。接合面の中心線平均粗さおよび平面度を0.1μmとした。表2において、実験B6においては、酸化イットリウムの粉末を、接合面の間に介在させた。各特性の測定結果を、表2に示す。

【0031】

【表2】

| | 接合面の 介在物 | 熱処理温 度(℃) | 超音波探傷 試験の結果 | 四点曲げ強度 MPa 室温 600℃ | 破断位置 |
|------|-------------|--------------|----------------|--------------------------|------|
| 実験B1 | 水溶液 | 1800 | 良好 | 330 300 | 接合部 |
| 実験B2 | 水溶液 | 1850 | 良好 | 330 300 | 他の部位 |
| 実験B3 | 水溶液 | 1900 | 良好 | 400 380 | 他の部位 |
| 実験B4 | 水溶液 | 1700 | 不良 | — — | — |
| 実験B5 | 水溶液 | 2000 | 不良 | — — | — |
| 実験B6 | 粉末 | 1900 | 不良 | — — | — |

【0032】実験B1、B2、B3においては、接合界面に欠陥がなく、四点曲げ強度が非常に高かった。特に、実験B3におけるように、1900℃で接合すると、室温における四点曲げ強度が400MPaとなり、もとの試料と同じ強度が得られたし、高温強度の低下も、僅か5%であった。また、接合体の破断は、接合界面では生じなかった。また、実験B1、B2においても、330MPaの室温強度と、300MPaの高温強度とを得ることができた。

【0033】実験B4においては、熱処理温度が1700℃であり、接合には不十分であった。また、接合体を

40

次の機械加工に供しようとする、接合体が剥離した。実験B5においては、熱処理温度が高すぎており、特に窒化珪素の方で成分の蒸発が発生し、劣化した。実験B6では、粉末拡散接合法を実施したが、1900℃の高温で熱処理しても、まったく接合しなかった。

【0034】〔実験C〕実験A、Bとまったく同様にして、接合実験を実施した。ただし、接合すべき両方の試料を、共に窒化珪素によって製造した。窒化珪素からなる試料は1850℃で焼結させた。この試料の室温における四点曲げ強度は、約900MPaであった。接合面の中心線平均粗さおよび平面度を0.1μmとした。表

50

3において、実験C6においては、酸化イットリウムの粉末を、接合面の間に介在させた。各特性の測定結果を、表3に示す。

【0035】

【表3】

| | 接合面の 介在物 | 熱処理温 度(℃) | 超音波探傷 試験の結果 | 四点曲げ強度 MPa 室温 600℃ | 破断位置 |
|------|-------------|--------------|----------------|--------------------------|------|
| 実験C1 | 水溶液 | 1800 | 良好 | 850 840 | 接合部 |
| 実験C2 | 水溶液 | 1850 | 良好 | 870 850 | 他の部位 |
| 実験C3 | 水溶液 | 1900 | 良好 | 900 870 | 他の部位 |
| 実験C4 | 水溶液 | 1700 | 不良 | — — | — |
| 実験C5 | 水溶液 | 1950 | 良好 | 300 — | 他の部位 |
| 実験C6 | 粉末 | 1850 | 不良 | — — | — |

【0036】実験C1、C2、C3においては、接合界面に欠陥がなく、四点曲げ強度が非常に高かった。特に、実験C3におけるように、1900℃で接合すると、室温における四点曲げ強度が900MPaとなり、もとの試料と同じ強度が得られたし、高温強度も870MPaであった。また、接合体の破断は、接合界面では生じなかった。また、実験C1においても、850MPaの強度が得られていたが、接合界面で破断した。実験C2においても、870MPaの強度が得られたし、高温強度の低下もほとんどない。

【0037】実験C4においては、熱処理温度が1700℃であり、接合には不十分であった。実験C5においては、接合状態が良好であり、300MPaの強度が得られた。ただし、窒化珪素において焼結が進行したので、実験C1～3に比べて、強度自体は低下した。実験C6では、粉末拡散接合法を実施したが、1850℃の高温で熱処理しても、まったく接合しなかった。

【0038】次に、前述した実験A2において、試料を切断し、切断した界面のセラミックス組織について、顕微鏡写真で観察した。図4は、このセラミックス組織の二次電子像の電子顕微鏡写真である。中央部に接合界面が存在しているが、この写真からは、認識することはできない。

【0039】図5は、このセラミックス組織の反射電子像の電子顕微鏡写真である。白い像は、イットリウムを示している。中央部に接合界面があるが、この接合界面に沿って、白い線が存在しているのが判る。これは、接合界面に塗布した接合助剤が、熱処理後において、接合界面付近に残留した状態を示している。図6は、図5の中央部分を拡大して撮影した、反射電子像の電子顕微鏡写真である。写真の中央部からやや左側に、白い線が連続しているのが見える。これは、接合助剤であるイットリウムが接合界面に沿って残留しているからである。図7は、図6において、接合界面付近を更に拡大して撮影した、反射電子像の電子顕微鏡写真である。

【0040】図5～図7、特に図7に示す微構造は、窒

化アルミニウム粒子と、イットリウムを含む粒界とからなっている。図7において、白色部分はイットリウムを示している。粒界には、イットリウム以外の金属原子は、ほとんど存在していない。濃い灰色に着色した粒子は、窒化アルミニウム粒子を示している。窒化アルミニウム粒子の間に、黒色部分が見えるが、これは開気孔を示している。電子顕微鏡による観察を実施するときに、試料の表面を研磨加工したために、試料内部の開気孔が、表面に開気孔として現れている。図3に模式的に示したのは、図7における左下の中央部分である。このように図7を見ると、接合助剤を含む粒界層が、成長した粒子によって、移動し、分断されているのがわかる。

【0041】〔実験D〕実験Aとまったく同様にして、試料の接合実験を実施した。ただし、実験Aにおいて、各試料の接合面の中心線平均粗さを0.2μmとし、平面度を0.5μm、1.0μmまたは2.0μmとした。この加工の段階では、接合面の中心線平均粗さが0.2μmであるので、当然、接合面の平面度を0.2μm以下とすることはできない。実験Aで使用したものと同一硝酸イットリウム水溶液を各接合面に塗布し、1900℃で1時間熱処理した。しかし、いずれの場合も、実験A6と同様に、試料同士が接合しなかった。

【0042】本発明に係る接合体およびその製造方法を、腐食性ガスまたは膜形成用ガスに対して曝される加熱装置に対して適用することができる。この場合には、一方のセラミックス体が、電力によって発熱する発熱体であり、他方のセラミックス体が、発熱体に対して接合された管状部材であり、この管状部材の内側空間に金属部材が露出していることを特徴とする。

【0043】この場合において、更に、腐食性ガスがハロゲン系腐食性ガスであり、上記の各セラミックス体が窒化アルミニウムである場合には、特に、ハロゲン系腐食性ガスに対して、前記の発熱体および管状部材の耐蝕性を大きくすることができるので、特に好ましい。ただし、窒化アルミニウムからなる部材同士を強固に接合することは、従来技術で述べた理由から特に困難である

が、本発明によって、強固にこれらの部材を接合することができる。

【0044】図8は、こうした加熱装置を、半導体製造装置に取り付けた状態を概略的に示す断面図であり、図9は図8の要部拡大断面図である。

【0045】半導体製造装置の容器15の内側にケース14が取り付けられており、半導体ウエハー加熱用の円盤状のセラミックスヒーター21が、ケース14によって保持されている。ウエハー加熱面22aの大きさは、半導体ウエハーを設置できる大きさにする。腐食性ガスや膜形成用ガスが、ガス供給孔17から、容器15の内部に対して供給されており、吸引孔16から真空ポンプによって容器内の空気が排出されている。円盤状セラミックスヒーター21においては、緻密でガストイトな円盤状セラミックス基体22の内部に、抵抗発熱体24が埋設されている。

【0046】基体22の背面22b側には一対の塊状端子23が設けられ、これら塊状端子23が抵抗発熱体24に接続されている。棒状の電極部材29の一端はそれぞれ塊状端子23に連結されている。各電極部材29の他端にはそれぞれリード線31が接続され、一対のリード線31が交流電源30に接続されている。一対の電極部材29を通して抵抗発熱体24に電力を供給し、円盤状セラミックスヒーター21を、例えば最高1100℃程度にまで加熱する。水冷ジャケット19を設けたフランジ18によってケース14の上面を覆い、Oリング33によってフランジ18と容器本体15の壁面とを気密にシールし、フランジ18によって容器の天井壁面を構成する。ステンレスシース付きの熱電対28の先端が、基体22に接合されている。

【0047】管状部材26の底部にあるフランジ部26aが、ヒーター背面22bに接合されており、円盤状セラミックス基体22と接合され、一体化されている。本例では、フランジ部18に三箇所で円形貫通孔が設けられ、各円形貫通孔に各管状部材26がそれぞれ挿通されている。各管状部材26の上端面は容器外に露出し、各管状部材26の筒内空間は、容器外の雰囲気によって満たされている。各管状部材26の底部と円盤状セラミックス基体22とは気密にシールされており、各管状部材26とフランジ18との間はOリング33によって気密シールされ、かつ電氣的にも絶縁されている。

【0048】各電極部材29は、それぞれ塊状端子23に連結されている。管状部材26の筒内空間には電極部材29が固定されている。また、本実施例では、温度測定器として熱電対28を用い、熱電対28を管状部材26の筒内空間に固定する。これにより、一対の電極部材29、一対の塊状端子23、熱電対28は、いずれも容器外の雰囲気と曝される。

【0049】この加熱装置によれば、ヒーター背面22bに導電性の堆積膜25が生成しても、この堆積膜25

が各管状部材26によって遮断され、電極部材26同士が短絡することはない。また、各電極部材29と容器15との間で、放電、漏電が発生するおそれもない。更に、各電極部材29が容器内空間に露出しないので、各電極部材29や塊状端子23の腐食やこれによる容器内の汚染も生じない。

【0050】また、本発明者の研究によれば、特に真空の場合、熱電対の周囲のガス分子の挙動は、大気圧～1 torrの真空状態においては粘性流域にあるが、真空度が高まると分子流域に移行し、これに伴って熱電対の周囲における熱移動の態様が大幅に変化するため、正確な温度測定ができなくなることが判っている。また、粘性流域においても、圧力変動が大きい場合は温度測定誤差が存在することが判っている。この点、本実施例では、温度測定器である熱電対28と、円盤状セラミックス基体22との接合部分が、圧力の変化しない容器外雰囲気面に面している。従って、上記したような圧力変動に伴う測定誤差は生じない。

【0051】ここで、各管状部材や各基体は、窒化珪素や窒化アルミニウムによって、形成することが好ましいが、各管状部材26と円盤状セラミックス基体22とを接合する必要がある。即ち、セラミックスヒーター21を常圧焼結又はホットプレス焼結し、その際、塊状端子23と抵抗発熱体24とは、予め成形体中に埋設しておく。また、射出成形、押し出し成形、プレス成形、静水圧プレス成形によって円筒状の成形体を作製し、これを常圧焼結して各管状部材26を作製する。本発明に従って、各管状部材26を、円盤状セラミックス基体22の所定位置に、気密に接合することができる。

【0052】また、更に他の加熱装置の製造に対しても、本発明を適用した。まず、この加熱装置について、図10を参照しつつ説明する。図10において、図8に示す部材と同一機能の部材には同一符号を付し、その説明は省略する。

【0053】この加熱装置34においては、円盤状の基体37の中に抵抗発熱体24が埋設されており、ウエハー加熱面37aにウエハーを設置する。管状部材35を基体37の背面37bに対して気密に接合し、管状部材35と容器15との間をOリング33を介して気密にシールする。管状部材35の端部にフランジ部35aを設け、フランジ部35aのフランジ面32を、背面37bに対して接合する。電力供給部材29の一端を端子へと結合し、熱電対28の一端を円盤状セラミックス基体37に接合する。電力供給部材29、熱電対28および端子23を、筒内空間27へと取り出す。

【0054】ここで、管状部材35と基体37とは、前記したように、窒化珪素および/または窒化アルミニウムによって形成することが好ましい。この際に、管状部材35のフランジ面32と、基体37の背面37bとを接合する際に、本発明の接合方法を適用することができ

る。

【0055】図8および図9に示す各加熱装置を製造した。ただし、抵抗発熱体24としてモリブデン線を使用し、直径235mmの窒化アルミニウム製ヒーター21を1900℃でのホットプレスによって製造した。一方、外径60mm、内径50mm、長20mmの窒化アルミニウム製の管状部材26を、1900℃での常圧焼結によって製造した。

【0056】この管状部材26と基体との各接合面を、それぞれ平面研削盤および高速ラップ盤で加工し、接合面の中心線平均粗さおよび平面度を0.1μmとした。イットリウム濃度が $2.61 \times 10^{-4} \text{ mol/cc}$ の硝酸イットリウム溶液水和物の水溶液を各接合面に塗布し、1900℃で1時間熱処理した。この熱処理の際には、各試料の位置が大幅にずれることがないように、治具によって各試料を保持し、固定した。接合時には、各試料に対して圧力を加えず、試料の自重のみを負荷した。熱処理時の雰囲気は、窒素ガスとした。

【0057】この結果、管状部材26と基体22とは、きわめて強固に接合し、剥離等は生じなかった。しかも、抵抗発熱体の抵抗値の上昇は、20%以下であり、実用上問題のない範囲内であった。しかも、この加熱装置について、室温と800℃との間での熱サイクルを400回かけたところ、400回の熱サイクル後での抵抗値の上昇は20%以下であった。また、接合部分からのガス漏れも発生しなかった。

【0058】一方、ヒーター21を管状部材と接合することなく、室温と800℃との間での熱サイクルを400回かけたところ、400回の熱サイクル後での抵抗値の上昇は20%以下であり、上記と同程度であった。

【0059】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、セラミックスの新たな接合方法を提供することができる。そして、セラミックス体を接合するのに際して、その接合部分の強度を、従来の接合体よりも向上させることができる。また、セラミックス体を接合するのに際して、その接合部分の強度を、接合部分以外の部分と同等以上とすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)、(b)、(c)は、セラミックス体1Aと1Bとを接合する手順を示す正面図である。

【図2】(a)は、セラミックス体1Aと1Bとの間に、接合助剤を含む水溶液10を介在させた状態を模式的に示す断面図であり、(b)は、熱処理の後における接合界面の状態を模式的に示す断面図である。

【図3】接合助剤の豊富な層12において、セラミックス粒子9の成長によって接合助剤が移動した状態を示す断面図である。

【図4】接合体のセラミックス組織の電子顕微鏡写真(二次電子像)である。

【図5】図4の接合体のセラミックス組織の電子顕微鏡写真(反射電子像)である。

【図6】図5の接合体の中央部分を拡大して撮影した、セラミックス組織の電子顕微鏡写真(反射電子像)である。

【図7】図6において、接合界面付近を更に拡大して撮影した、セラミックス組織の電子顕微鏡写真(反射電子像)である。

【図8】セラミックスヒーター21と管状部材26とを接合して加熱装置を製造し、この加熱装置を半導体製造装置の容器15に取り付けた状態を概略的に示す断面図である。

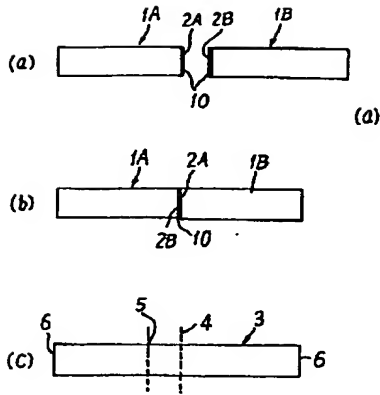
【図9】図8の加熱装置において、各管状部材26と基体22の背面22bとの接合部の周辺を拡大して示す断面図である。

【図10】セラミックスヒーターと管状部材34とを接合して加熱装置を製造し、この加熱装置を半導体製造装置の容器15に取り付けた状態を概略的に示す断面図である。

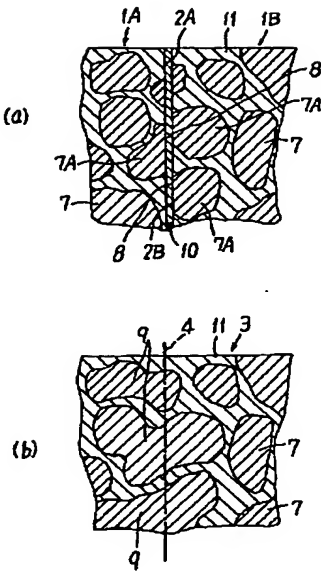
【符号の説明】

1A、1B セラミックス体 2A、2B 各セラミックス体の接合面 3 接合体 4 接合界面
5 破断部分 6 接合体の端面 7 セラミックス粒子 7A 接合面において切断されているセラミックス粒子 8 セラミックス粒子の露出した切断面 9 接合界面4を挟むように成長した後のセラミックス粒子 10 接合助剤を含有する溶液
11 粒界層 12 接合助剤が豊富な層 21 セラミックスヒーター
22 円盤状セラミックス基体 24 抵抗発熱体
25 導電膜 26、35 管状部材 29 電力供給部材 32 管状部材の接合面(フランジ面)

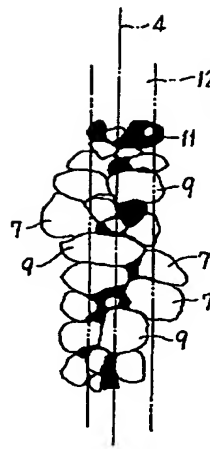
【図 1】



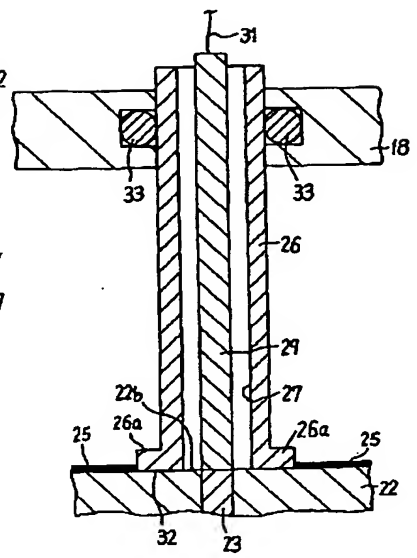
【図 2】



【図 3】

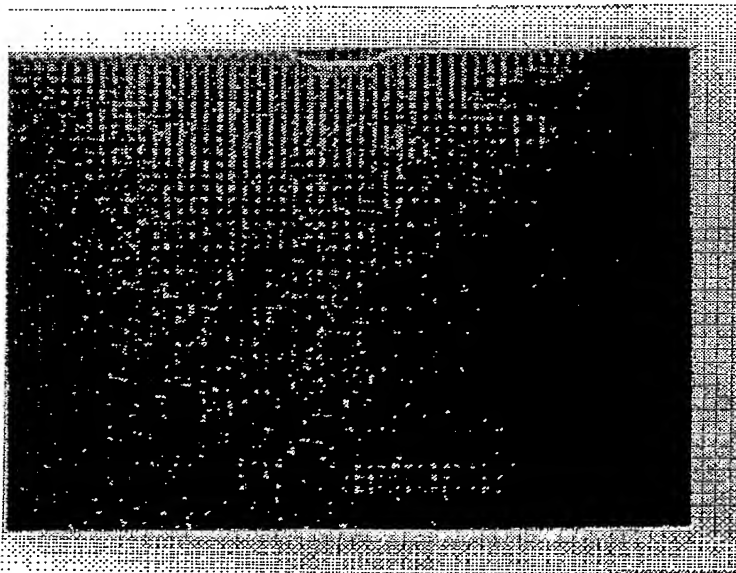


【図 9】



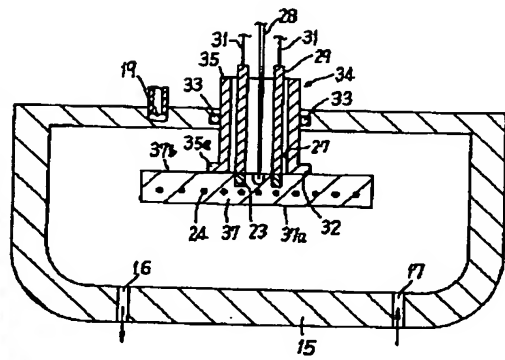
【図 4】

図面代用写真



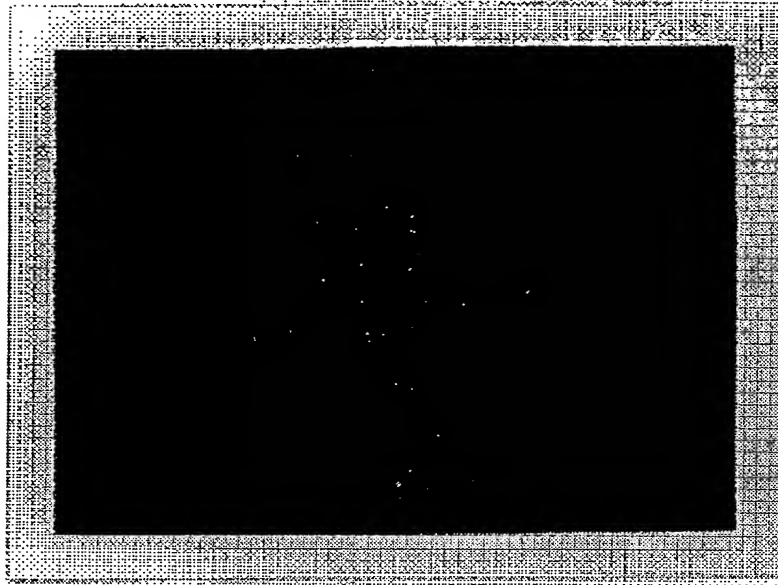
(写真)

【図 10】



【図 5】

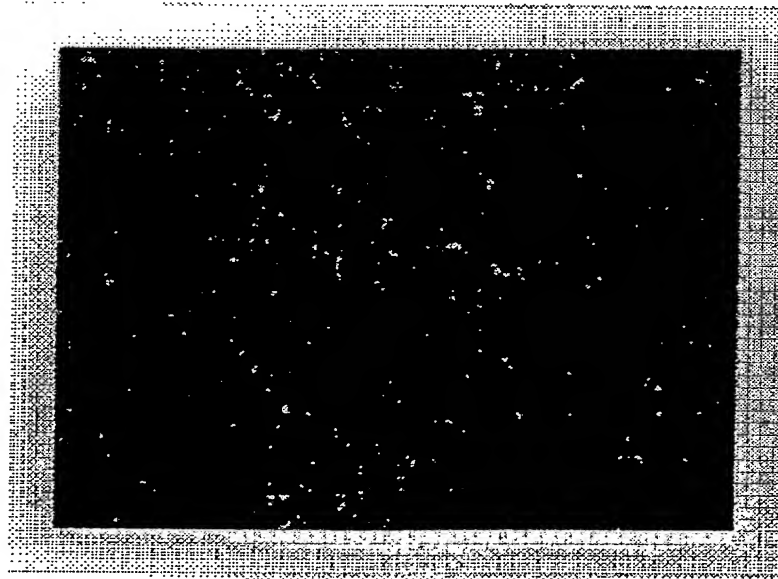
図面代用写真



(写真)

【図 6】

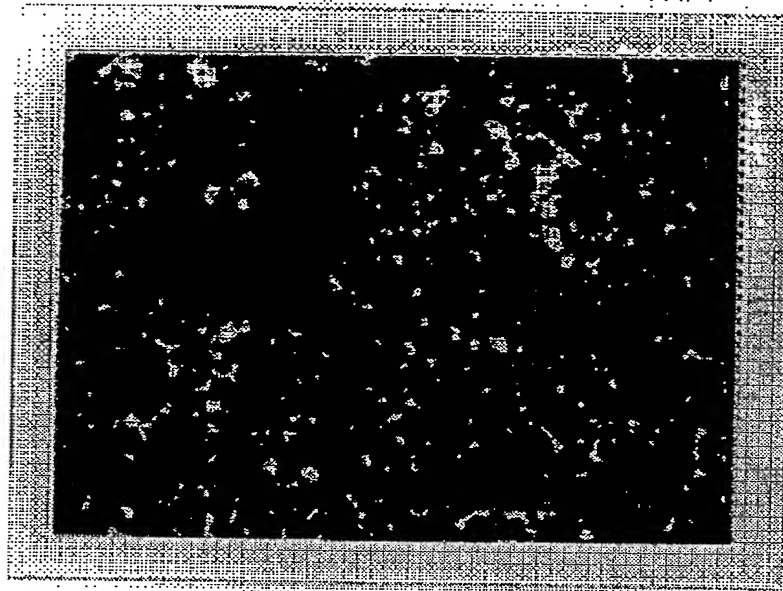
図面代用写真



(写真)

【図 7】

図面代用写真



(写真)

【図 8】

